

PCT

世界知的所有権機関
国際事務局
特許協力条約に基づいて公開された国際出願



BEST AVAILABLE COPY

(51) 国際特許分類7 C30B 29/06		A1	(11) 国際公開番号 WO00/46433
			(43) 国際公開日 2000年8月10日(10.08.00)
(21) 国際出願番号 PCT/JP00/00379			(74) 代理人 好宮幹夫(YOSHIMIYA, Mikio) 〒111-0041 東京都台東区元浅草2丁目6番4号 上野三生ビル4F Tokyo, (JP)
(22) 国際出願日 2000年1月26日(26.01.00)			
(30) 優先権データ 特願平11/23765 1999年2月1日(01.02.99)	JP		(81) 指定国 KR, US, 欧州特許 (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE)
(71) 出願人 (米国を除くすべての指定国について) 信越半導体株式会社 (SHIN-ETSU HANDOTAI CO., LTD.)[JP/JP] 〒100-0005 東京都千代田区丸の内1丁目4番2号 Tokyo, (JP)			添付公開書類 国際調査報告書
(72) 発明者 ; および (75) 発明者／出願人 (米国についてのみ) 星 亮二(HOSHI, Ryoji)[JP/JP] 園川 将(SONOKAWA, Susumu)[JP/JP] 桜田昌弘(SAKURADA, Masahiro)[JP/JP] 太田友彦(OHTA, Tomohiko)[JP/JP] 布施川泉(FUSEGAWA, Izumi)[JP/JP] 〒961-8061 福島県西白河郡西郷村大字小田倉字大平 150番地 信越半導体株式会社 白河工場内 Fukushima, (JP)			

(54)Title: EPITAXIAL SILICON WAFER AND ITS PRODUCTION METHOD, AND SUBSTRATE FOR EPITAXIAL SILICON WAFER

(54)発明の名称 エピタキシャルシリコンウェーハおよびその製造方法並びにエピタキシャルシリコンウェーハ用基板

(57) Abstract

An epitaxial silicon wafer having no projection whose size is 100 nm or more and whose height is 5 nm on an epitaxial layer, and a method for producing an epitaxial silicon wafer produced by growing by a CZ method a single crystal rod where no I region is present, cutting the single crystal rod into a silicon wafer where no I region is present over the surface, and depositing an epitaxial layer on the wafer. A high-quality epitaxial wafer is provided which is produced by forming a wafer containing no I region over the surface from a single crystal and depositing an epitaxial layer on the wafer and which has no projection nor projection like distortion on the epitaxial layer observed as a particle. A single crystal containing no I region over the surface extending in the direction of the radius of the single crystal is produced at high yield and productivity, thereby improving the productivity of an epitaxial wafer and reducing the manufacturing cost.

(57)要約

エピタキシャル層上に、大きさ 100 nm 以上、高さ 5 nm 以上の突起が存在しないエピタキシャルシリコンウェーハおよび CZ 法によってシリコン単結晶を育成する際に、I 領域を含まない単結晶棒を育成し、該単結晶棒から切り出した面内全面に I 領域を含まないシリコンウェーハ上にエピタキシャル層を積むエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法。

面内全面に I 領域を含まないウェーハを単結晶から形成し、これにエピタキシャル層を積んで、エピ層表面に突起あるいはパーティクルとして観察される突起状の表面の歪みが存在しない高品質エピタキシャルウェーハを提供すると共に単結晶径方向の面内全面に I 領域を含まない単結晶を歩留りよく高生産性で製造し、エピウェーハの生産性向上とコストダウンを図る。

PCTに基づいて公開される国際出願のパンフレット第一頁に掲載されたPCT加盟国を同定するために使用されるコード(参考情報)

AE	アラブ首長国連邦	DM	ドミニカ	KZ	カザフスタン	RU	ロシア
AG	アンティグア・バーブーダ	DZ	アルジェリア	LC	セントルシア	SD	スードン
AL	アルベニア	EE	エストニア	LI	リヒテンシュタイン	SE	スウェーデン
AM	アルメニア	ES	スペイン	LK	スリ・ランカ	SG	シンガポール
AT	オーストリア	FI	フィンランド	LR	リベリア	SI	スロヴェニア
AU	オーストラリア	FR	フランス	LS	レソト	SK	スロヴァキア
AZ	アゼルバイジャン	GA	ガボン	LT	リトアニア	SL	シェラ・レオネ
BA	ボスニア・ヘルツェゴビナ	GB	英国	LU	ルクセンブルグ	SN	セネガル
BB	バルバドス	GD	グレナダ	LV	ラトヴィア	SZ	スウェーデン
BE	ベルギー	GE	グルジア	MA	モロッコ	TD	チャード
BF	ブルキナ・ファソ	GH	ガーナ	MC	モナコ	TG	トーゴー
BG	ブルガリア	GM	ガンビア	MD	モルドヴァ	TJ	タジキスタン
BJ	ベナン	GN	ギニア	MG	マダガスカル	TM	トルクメニスタン
BR	ブラジル	GR	ギリシャ	MK	マケドニア旧ユーゴスラヴィア	TR	トルコ
BY	ベラルーシ	GW	ギニア・ビサオ	ML	共和国	TT	トリニダッド・トバゴ
CA	カナダ	HR	クロアチア	MN	マリ	TZ	タンザニア
CF	中央アフリカ	HU	ハンガリー	MR	モンゴル	UA	ウクライナ
CG	コンゴー	ID	インドネシア	MW	モーリタニア	UG	ウガンダ
CH	スイス	IE	アイルランド	MX	モーリタニア	US	米国
CI	コートジボアール	IL	イスラエル	MZ	モザンビーク	UZ	ウズベキスタン
CM	カメルーン	IN	インド	NE	ニジェール	VN	ベトナム
CN	中国	IS	アイスランド	NL	オランダ	YU	ユーゴースラヴィア
CR	コスタ・リカ	IT	イタリア	NO	ノールウェー	ZA	南アフリカ共和国
CU	キューバ	JP	日本	NZ	ニュージーランド	ZW	ジンバブエ
CY	キプロス	KE	ケニア	PL	ポーランド		
CZ	チェコ	KG	キルギスタン	PT	ポルトガル		
DE	ドイツ	KP	北朝鮮	RO	ルーマニア		
DK	デンマーク	KR	韓国				

明細書

エピタキシャルシリコンウエーハおよびその製造方法

並びにエピタキシャルシリコンウエーハ用基板

5

技術分野

本発明は、大直径エピタキシャルシリコンウエーハおよびその製造方法並びにエピタキシャルシリコンウエーハ用基板に関するものである。

10 背景技術

現在製造されている演算素子やメモリー等デバイスの多くは、チョク
ラルスキー法 (CZ法) により引上げられたシリコン単結晶からウエー
ハを製造し、そのウエーハ面上に作製されている。これらのデバイスは、
シリコンウエーハの極表層を利用して電気回路を構成し、動作させてい
15 る。この表層の品質向上、またラッチアップを防ぐ手法として、エピタ
キシャルシリコンウエーハ（以下、エピウエーハということがある）が
しばしば使用される。

このエピウエーハは、CZ法等により育成されたシリコン単結晶から
切り出されたウエーハにエピタキシャル層（以下、エピ層ということが
20 ある）を成長させることによって作製される。今までエピウエーハにおいては、エピ層を積むが故に、その基板となる鏡面シリコンウエーハの
品質は軽視されてきた。

一般的に、結晶中では、結晶成長時に形成される点欠陥が二種類あり、
一つは空孔 (vacancy) であり、もう一つは自己格子間原子 (I
25 nterstitial-Si) である。この内、シリコン原子の不足
から発生する凹部、空孔のようなものが優勢な領域がV領域であり、シリ
コン原子が余分に存在することにより発生する転位や余分なシリコン
原子の塊等の自己格子間原子が優勢な領域がI領域である。このV領域

には空孔タイプの点欠陥が集合したボイド起因とされている F P D 、 L S T D 、 C O P 等のグローンイン欠陥が高密度に存在し、 I 領域には転位ループ起因と考えられている L / D (格子間転位ループの略号、 L S E P D 、 L F P D 等) の欠陥が低密度に存在するとされている。

5 そして、結晶中での V 領域と I 領域の境界は、結晶成長速度 F [mm / min] と結晶成長界面近傍の結晶成長軸方向の温度勾配 G [°C / mm] (ここに G は、シリコンの融点 1412°C から 1400°C までの軸方向距離 [mm] で温度差 12°C を割った数値である) との比、 F / G によって決まる。この F / G がある一定値を越えた場合は V 領域となり、
10 この値を下回った場合には I 領域となる。

一般に、結晶成長軸方向の温度勾配 G は、結晶成長界面の径方向で分布を持ち、中心部で小さく、結晶周辺部で大きい (図 1 参照)。育成中の結晶の成長速度は径方向で一定であるため、 F / G の径方向分布は G の径方向分布の逆数状になる。結晶の成長界面全面で F / G がある一定値
15 を越えれば、ウェーハ全面に I 領域のない結晶が得られる。ただし、この時、結晶の外周部 20 mm は点欠陥が結晶表面へと外方拡散して消滅可能な領域となるため、通常この部分は除いて考える。例えば、通常の抵抗率 (本発明においては、0.03 Ω · cm 以上の抵抗率を示すも
の) の結晶の場合、周辺部 20 mm を除く内側全てで F / G が 0.18
20 $mm^2 / °C · min$ 以上であれば、全面 V 領域の結晶が得られる。逆に、周辺部 20 mm を除く内側全てで F / G が 0.18 $mm^2 / °C · min$ 以下であれば、全面 I 領域の結晶が得られる。

このような状況の中で、今後主流となる 10 インチ以上の大直径結晶の製造においては、結晶中心部と周辺部との G の差が大きく、かつ、成長速度 F がその固化潜熱の増大によって低下するため、結晶径方向全てで V 領域となるような F / G を達成することが難しくなってきた。このため、ウェーハ面内で I 領域と V 領域が混在し易くなつており、市場に出回る大直径ウェーハの多くは I 領域を含んでいる。

一方、現在のエピウエーハ用基板として用いられることが多い、抵抗率が $0.03 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下の P 型低抵抗率ウエーハでは、共有結合半径の小さいボロンが高濃度に存在するため、自己格子間原子が存在し易く、I・V 領域の境界となる F/G の値が、抵抗率の低下に伴い、大きくなつて行く。従つて、市場に出回る P 型低抵抗率ウエーハの多くは I 領域を含んでいる。

近年、大直径化およびエピ成長温度の低温化の流れの中で、10インチ以上の大直径結晶上に、より低温でエピ層を成長させたエピウエーハを製造するが多くなってきた。このような状況の中で、エピウエーハ上に従来観察されることのなかったパーティクルが観察される機会が増えってきた。そして、これらのパーティクルを調査すると、基板となる鏡面ウエーハ表面に高感度パーティクル測定法により検出されるパーティクルであり、これらを AFM (A t o m i c F o r c e M i c r o s c o p e ; 原子間力顕微鏡) 等により観察すると突起あるいはパーティクルとして観察される突起状の表面の歪み (以降、突起状パーティクルと呼ぶことがある) であることが判ってきた。

これらの突起は、エピタキシャル層を積むとさらに大きくなり、通常のパーティクル等として検出されることもあることが判ってきた。そしてさらにこれらの突起は、従来欠陥が少ないと言われてきた I 領域に多いことが判った。このような突起、突起状パーティクルは、デバイス工程でウエーハ表面に集積回路を構成した際、配線の断線等の原因となり、デバイスの特性、信頼性に与える影響は大きく、エピウエーハの品質上その存在を認めることはできない。

25 発明の開示

そこで、本発明はこのような問題点に鑑みてなされたもので、面内全面に I 領域を含まないウエーハを大直径単結晶から形成し、これにエピタキシャル層を積んで、エピ層表面に突起状パーティクルの存在しない

高品質エピタキシャルウエーハを提供すると共に面内全面が I 領域でない大直径単結晶を歩留りよく高生産性で製造し、エピウエーハの生産性の向上とコストダウンを図ることを主たる目的とする。

本発明は、前記目的を達成するために為されたもので、本発明の第 1 5 の態様は、エピタキシャル層上に、大きさ 100 nm 以上、高さ 5 nm 以上 の突起が存在しないことを特徴とするエピタキシャルシリコンウエーハである。このようなエピタキシャルシリコンウエーハは、そのエピ層上に品質上有害な前記大きさの突起あるいは突起状パーティクルが殆ど存在することがなく、従って、デバイス工程における配線の断線等の 10 発生が極めて稀で、デバイス特性、信頼性に悪影響を与えることのない高品質エピタキシャルウエーハを得ることができる。

そして、本発明の第 2 の態様は、エピタキシャル基板用シリコンウエーハとして、大きさ 100 nm 以上、高さ 5 nm 以上 の突起が存在しないシリコンウエーハを使用することを特徴とするエピタキシャルシリコ 15 ンウエーハの製造方法である。

このように、大きさ 100 nm 以上、高さ 5 nm 以上 の突起が存在しないシリコンウエーハをエピタキシャル基板用として使用すれば、エピタキシャル成長後にエピタキシャル層上に、デバイス特性を悪化させる大きさ 100 nm 以上、高さ 5 nm 以上 の突起が存在しない高品質エピ 20 タキシャルシリコンウエーハを製造することができる。

さらに、本発明の第 3 の態様は、エピタキシャル基板用シリコンウエーハとして、I 領域を含まない単結晶を用いることを特徴とするエピタキシャルシリコンウエーハの製造方法である。

このようにエピタキシャル層上に突起が多く発生する原因である I 領域を含まない単結晶からウエーハを切り出し、ウエーハ面内全面に I 領域を含まないシリコンウエーハをエピタキシャル基板用として使用すれば、エピタキシャル層上に、大きさ 100 nm 以上、高さ 5 nm 以上 の突起が存在しない高品質のエピタキシャルシリコンウエーハを製造する

ことができる。

次に、本発明の第4の態様は、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、I領域を含まない単結晶棒を育成し、該単結晶棒から切り出した面内全面にI領域を含まないシリコンウェーハにエピタキシャル層を積むことを特徴とするエピタキシャルシリコンウェーハの製造方法である。

このように、CZ法によってシリコン単結晶を育成する際に、単結晶中にI領域を含まないシリコン単結晶を育成し、該単結晶棒から切り出した面内全面にI領域を含まないシリコンウェーハにエピタキシャル層を積むようにすれば、エピタキシャル層上に突起あるいは突起状パーティクルが発生することは殆どなく、高品質のエピタキシャルシリコンウェーハを製造することができる。

この場合、チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、磁場を印加することができる。

このように、磁場を印加すると、磁力線を横切る方向のシリコン融液の対流を抑制することができ、シリコン融液中の温度勾配を大きくすることができるので、結晶成長速度の高速化を図ることができる。

そしてこの場合、シリコン単結晶の成長条件 F/G [$\text{mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$] (ここに F : 単結晶成長速度 [mm/min]、 G : 単結晶成長界面近傍での結晶成長軸方向の温度勾配 [$^{\circ}\text{C}/\text{mm}$] とする) を、0.18 $\text{mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$ 以上として、抵抗率 0.03 $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上でかつ単結晶の径方向の面内全面がV領域である単結晶棒を育成することができる。

このように、作製する単結晶が抵抗率 0.03 $\Omega \cdot \text{cm}$ 以上の場合に、シリコン単結晶の成長条件 F/G を、0.18 $\text{mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$ 以上として育成すれば、面内全面がV領域である単結晶棒を育成することができ、該単結晶棒から切り出した面内全面V領域のシリコンウェーハ上にエピタキシャル層を積んで突起状パーティクルの殆どないエピタキシ

ヤルシリコンウエーハを製造することができる。

さらに、シリコン単結晶の成長条件 F/G を、次式、

$$F/G > 720 \cdot \rho^2 - 37 \cdot \rho + 0.65$$

(ここに ρ : 単結晶の抵抗率 [$\Omega \cdot \text{cm}$]、 F : 単結晶成長速度 [mm/min]、 G : 単結晶成長界面近傍での結晶成長軸方向の温度勾配 [$^\circ\text{C}/\text{mm}$] とする)

に従うものとして、P型で $0.03 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下の低抵抗率であり、かつ面内全面がV領域である単結晶棒を育成することができる。

10 このように、作製する単結晶がP型で抵抗率 $0.03 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下の場合、シリコン単結晶の成長条件 F/G を、作製する単結晶の抵抗率の関数として表わされる上式に従って育成すれば、結晶の径方向の面内全面がV領域である単結晶棒を育成することができ、該単結晶棒から切り出した面内全面V領域のシリコンウエーハ上にエピタキシャル層を積んで突起状パーティクルの殆どないエピタキシャルシリコンウエーハを製

15 造することができる。

そして、印加する磁場を水平磁場とし、その中心磁場強度を $500 \sim 6000 \text{ Gau ss}$ として製造することが望ましい。

20 このようにMCZ法において、印加する磁場を水平磁場とし（以下、HMCZ法ともいう）、水平磁場の中心磁場強度を $500 \sim 6000 \text{ Gau ss}$ とすれば、ルツボ内のシリコン融液の縦方向の対流が効率よく抑制され、結晶周辺部での酸素蒸発量が抑えられて酸素濃度の結晶径方向の面内分布がより一層均一化され、結晶の変形を伴わずに結晶成長の高速化を図ることができる。また、縦方向の対流が抑制されるので、結晶下のシリコン融液の軸方向温度勾配 (dT/dZ) m を小さくすること

25 ができる、成長速度を高速化することができる。

さらに、温度勾配 G の径方向分布において、少なくとも一部に $3.0 \text{ }^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以上となる部分を作ることができる炉内構造を使用することが望ましい。

上述の F/G を達成するために、 G の低い炉内構造を用いることは容易だが、生産性の低下を導くことになってしまう。上記のように、結晶成長界面の温度勾配 G の径方向分布において、少なくとも一部に、 $3.0^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ 以上となる部分を有する炉内構造を用い、 F/G がウエーハ全面で V 領域を達成する成長速度 F を用いれば、生産性の低下を招くことはない。

そして、単結晶成長中の結晶回転を 10 rpm 以下とすることが望ましい。

ウエーハ全面を V 領域とするためには、成長速度を高速化するのがよいが、成長速度 F を高速化しようとすると、結晶の変形が発生する。この変形を抑えるためには、結晶回転を低速化するのが有効であるが、一般的には結晶回転の低速化は結晶成長界面内の酸素濃度の不均一をもたらすので望ましくなく、特にデバイス工程でウエーハに反りが発生することもあり、問題となる。しかし、本発明では水平磁場を印加しているので、縦方向の対流が抑えられ、結晶回転を低速化しても酸素濃度の面内分布が極端に劣化することではなく、結晶の変形を伴わずに成長速度の高速化を図ることができる。

次に、本発明では、単結晶の育成において、直径 250 mm (10 インチ) 以上の大直径単結晶棒を製造するようにした。

本発明で、上記の単結晶育成条件を満足すれば、比較的容易に直径 10 インチ以上の単結晶の径方向の面内全面を V 領域として成長させることができ、エピウエーハで突起が発生することを防止することができる。

そして、本発明のエピタキシャルシリコンウエーハは上記の製造方法により製造されたことを特徴とするエピタキシャルシリコンウエーハである。

このように、本発明の方法で得られるエピタキシャルシリコンウエーハは、エピ層上に、大きさ 100 nm 以上、高さ 5 nm 以上の突起が存在せず、デバイスの特性、信頼性に悪影響を与えることのない高品質の

エピタキシャルシリコンウエーハとなる。

さらに、本発明のエピタキシャルシリコンウエーハ用基板は上記の製造方法により製造された酸素濃度面内分布が10%以下であることを特徴とするエピタキシャルシリコンウエーハ用基板である。

5 このように、本発明の方法で得られるエピタキシャルシリコンウエーハ用基板は、その酸素濃度面内分布が10%以下と小さく、デバイスの特性、信頼性に悪影響を与えることのない高品質のエピタキシャルシリコンウエーハ用基板となる。

以上説明したように、本発明によれば、エピタキシャルウエーハ基板用シリコン単結晶として適切な品質である単結晶の径方向の面内全面にI領域を含まず、かつエピウエーハに加工した時に、突起（パーティクル状散乱）のない高品質シリコン単結晶の歩留りと生産性の向上を図り、単結晶製造コストの大幅な低減が可能となった。

これにより、今後主流となる大直径エピウエーハ用単結晶や現在の主流である15 低抵抗率単結晶として適切なシリコン単結晶を提供することができるので、突起あるいは突起状パーティクルが存在しない高品質のエピタキシャルシリコンウエーハを安価で提供することができると共に、デバイス製造歩留りやデバイス特性、信頼性を大きく向上させることができる。

20 図面の簡単な説明

図1は、結晶成長界面直上の温度勾配Gおよび成長条件F/Gの面内分布を表した模式図である。

図2は、P型低抵抗率単結晶において、OSFリングが発生する成長条件F/Gの抵抗率依存性を表した説明図である。

25 図3は、本発明で使用したHMCZ法による単結晶引上げ装置の概略と熱収支の説明図である。

図4(a)は、周辺部にI領域を有するウエーハ表面について高感度パーティクル測定を行った結果を表した図である。

図4 (b) は、周辺部にI領域を有するウエーハ表面にエピタキシャル膜を形成後、エピ膜上について高感度パーティクル測定を行った結果を表した図である。

図5は、本発明の図4 (a) のポリッシュドシリコンウエーハの周辺部で観察されたパーティクルをAFMで観察した突起の一例を示す結果図である。

5 図6は、図4 (b) のエピタキシャルシリコンウエーハで観察されたパーティクルをAFMで観察した突起の一例を示す結果図である。

図7 (a) は、本発明のI領域を含まないウエーハ表面について高感度パーティクル測定を行った結果を表した図である。

図7 (b) は、本発明のI領域を含まないウエーハ表面にエピタキシャル膜を10形成後、エピ膜上について高感度パーティクル測定を行った結果を表した図である。

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明につき詳細に説明するが、本発明はこれらに限定される15ものではない。

本発明者らは、エピタキシャルウエーハのエピ層の成長を研究している中で、エピウエーハ上に従来観察されることのなかったパーティクルが観察される機会が増えてきた。そして、これらのパーティクルを調査すると、基板となる鏡面ウエーハ表面に高感度パーティクル測定法により検出されるパーティクルであり、これらをAFM(原子間力顕微鏡)20等により観察するとウエーハ表面の突起あるいは突起状の表面の歪みであることが判ってきた。

これらのパーティクルとして観察される突起あるいは突起状の表面の歪みの発生領域を詳細に調査すると、基板となるシリコンウエーハの単結晶成長時のI領域分布と一致することが判った。つまり単結晶の大直径化に伴い、単結晶成長速度の低下が起こり、結晶にI領域が発生し易くなつたため、エピウエーハ上にパーティクルが観察されるようになつたと考えられる。さらに、これらI領域を含む基板ウエーハにおいて、

パーティクルカウンターの高感度測定法を用いると、I領域に対応してパーティクルが検出されることがわかった。ここで高感度測定法とは、S/N比の向上により従来の1/4程度の散乱光強度まで検出できるようになった測定法である。従って、I領域を含まない基板ウェーハがエ

5 ピタキシャル基板用シリコンウェーハとして適していることが判った。

一方、上記したエピ層上の突起あるいは突起状パーティクルがデバイスの特性、信頼性に与える影響を調査した結果、突起あるいは突起状パーティクルの大きさが、大きさで100nm以下、高さで5nm以下であれば全く影響しないことが判った。従って上記した大きさ以上の突起

10 あるいは突起状パーティクルを含まないシリコンウェーハをエピウェーハの基板として使用すれば高品質のエピタキシャルシリコンウェーハが得られることになる。

このI領域を含まずかつ大きな突起のないウェーハを製造するためには、単結晶育成条件のF/Gが結晶の径方向全てにおいて所定値を越えるようにFとGを制御すればよい。

例えば、抵抗率0.03Ω·cm以上の結晶においては、F/Gの値が0.18mm²/°C·min以上であればよい。特にグローンイン欠陥の低減のためにGを低めに設定したホットゾーンでなければ、通常用いるホットゾーンのGは結晶の中心部で2.5~4.5°C/mmであり、

20 外周20mmでのGは、3.0~6.0°C/mmである。従って、上記のF/Gを満足するにはFが0.55~1.1mm/min程度必要であることが判る。ところが10インチ以上の大直径結晶においては、シリコン融液が結晶化する際に発生する固化潜熱が大きくなるため、成長可能速度が低下し、上記のような成長速度を達成出来なくなってきていく。

25 る。

さらに、現在のエピウェーハ基板として用いられることの多いP型で抵抗率0.03Ω·cm以下の低抵抗率結晶においては、実験の結果、ウェーハ全面がV領域となるF/Gは、単結晶の抵抗率ρ[Ω·cm]

の関数として次式、

$$F/G > 720 \cdot \rho^2 - 37 \cdot \rho + 0.65$$

で表わされることが判った（図2参照）。

（ここに、F：単結晶成長速度 [mm/min]、G：単結晶成長界面近傍での結晶成長軸方向の温度勾配 [°C/mm] とする）

従って、例えば、周辺部20mmでのGが4.0°C/mmとすると、
 $\rho = 0.015 \Omega \cdot \text{cm}$ で $F > 1.03 \text{ mm/min}$ 、
 $\rho = 0.010 \Omega \cdot \text{cm}$ で $F > 1.41 \text{ mm/min}$ 、
 $\rho = 0.007 \Omega \cdot \text{cm}$ で $F > 1.71 \text{ mm/min}$ 、
 $\rho = 0.005 \Omega \cdot \text{cm}$ で $F > 1.93 \text{ mm/min}$ となり、このような成長速度の高速化は容易に達成出来るものではない。

従って、これを解決するためには、ホットゾーンの変更によりGを低下させるか、もしくは成長速度の高速化を図って所望のF/Gを実現することになる。

しかしながら、ホットゾーンの変更を含めたGの低下は、成長可能速度の低下を招き、生産性の低下を引き起こすため好ましくない。

そこで本発明では、外周部20mmでのGが3.0°C/mm以上である従来のホットゾーンを維持したまま、成長速度の高速化を図り、上記問題を解決した。

本発明では、成長速度の高速化のため、水平磁場印加CZ法（HMCZ法）と低速結晶回転を用いた。CZ法における結晶成長可能速度 V_{max} は、成長中の結晶の熱収支によって決定される。

結晶へ入る熱量は、シリコン融液から結晶への熱量 H_{in} 、および液体が固体に相変化するときに発生する固化潜熱 H_{sol} とがある。結晶成長部近傍の熱収支を考えた場合、結晶から排出される熱量 H_{out} は、 $H_{in} + H_{sol}$ の和に等しいと考えられる。それぞれ、 H_{in} は、結晶下のシリコン融液の軸方向温度勾配 $(dT/dZ)_m$ に、 H_{sol} は結晶成長速度 F に、 H_{out} は結晶成長界面直上の温度勾配 G に比例すると考えられる

(図3参照)。

成長速度の高速化に伴い、 H_{sol} は大きくなるため、成長可能速度の向上のためには H_{out} を大きくするか、 H_{in} を小さくする必要がある。ここで本発明の目的はホットゾーンを変えず、Gを維持したままで成長速度を向上することにより、I領域のない結晶を育成することであり、 H_{out} は一定と考える。従って、 H_{in} を小さくする必要がある。

そこで、本発明では、磁場を印加した。特に水平磁場を印加することにより、結晶下のシリコン融液の軸方向温度勾配 (dT/dZ) m を小さくすることができ、 H_{in} を小さくすることができる (Fumio Shimura; Semiconductor Silicon Crystal Technology, 1989 参照)。さらに、磁場を印加することにより、シリコン融液中の径方向温度勾配 (dT/dX) m を大きくすることができ、高速で結晶を成長させた場合に発生するルツボ壁からの固化を防ぐことができる (日経マイクロデバイス、1986年7月号参照)。これらの効果により、 F_{max} の上限値を引き上げることが可能である。しかし、これだけでは上記の成長速度を達成出来なかつた。

すなわち、成長速度を高速化しようとした場合、結晶の変形が発生する。これを抑えるためには、結晶回転を低速化することが有効である。しかし、結晶回転の低速化は、結晶成長界面内の酸素濃度の不均一をもたらす。酸素濃度の面内分布の不均一は、デバイス工程でのウエーハ取り等の問題を引き起こすため、工業製品としては不適切である。これは、成長中の結晶の周辺では、シリコン融液中の酸素濃度が蒸発により低下しているためである。従来のCZ法では、この中心部と周辺部の酸素濃度の不均一を、結晶回転により引き起こされる強制対流で強制的に均一化していた (W.Zulehner et al.; Crystal Vol.8, 1982 等参照)。

しかし、磁場を印加した場合、その磁力線を横切る方向の対流は、抑制されることが知られている。HMCZ法では、横方向の磁力線のため、縦方向の対流が抑えられる。このため、境界拡散層の厚さが通常のCZ

法に比べ、周辺部で薄くならない。従って結晶回転を低速化しても酸素濃度の面内分布が極端に劣化することではなく、結晶低速回転を用いることが可能であり、結晶の変形を伴わず成長速度の高速化を実現することができる。

5 本発明では、水平磁場の中心磁場強度を 500～6000 G a u s s とし、単結晶成長中の結晶回転を 10 r p m 以下に制御するようにした。こうすることで、シリコン融液の縦方向対流が効率よく抑制され、結晶回転の低速化に伴う結晶成長界面内の酸素濃度の中心部と周辺部の不均一さが改善され、結晶の変形を伴わずに結晶成長の高速化を図ることが 10 出来る。

上記のような手法を用いることにより、結晶成長速度の高速化を図ることができた。これによりエピウエーハ基板として望ましくない I 領域を含まず、ウエーハ全面が V 領域であり、大きな突起のないシリコン単結晶を、歩留りよく、高い生産性で製造することができる。

15 以下、本発明について、図面を参照しながらさらに詳細に説明する。

まず、本発明で使用する H M C Z 法による単結晶引上げ装置の構成例を図 3 により説明する。図 3 に示すように、この単結晶引上げ装置 3 0 は、引上げ室 3 1 と、引上げ室 3 1 中に設けられたルツボ 3 2 と、ルツボ 3 2 の周囲に配置されたヒータ 3 4 と、ルツボ 3 2 を回転させるルツボ保持軸 3 3 及びその回転機構（図示せず）と、シリコンの種結晶 5 を保持するシードチャック 6 と、シードチャック 6 を引上げるワイヤ 7 と、ワイヤ 7 を回転又は巻き取る巻取機構（図示せず）を備えて構成されている。ルツボ 3 2 は、その内側のシリコン融液（湯） 2 を収容する側には石英ルツボが設けられ、その外側には黒鉛ルツボが設けられている。

25 また、ヒータ 3 4 の外側周囲には断熱材 3 5 が配置されている。

そして、引上げ室 3 1 の水平方向の外側に、水平磁場用磁石 3 6 を設置し、H M C Z 法としてシリコン融液 2 の対流を抑制し、単結晶の安定成長をはかっている。

次に、上記の H M C Z 法単結晶引上げ装置 3 0 による単結晶育成方法について説明する。

まず、ルツボ 3 2 内でシリコンの高純度多結晶原料を融点（約 1 4 1 2 °C）以上に加熱して融解する。次に、水平磁場を印加し、ワイヤ 7 を 5 卷き出すことにより融液 2 の表面略中心部に種結晶 5 の先端を接触又は浸漬させる。その後、ルツボ保持軸 3 3 を適宜の方向に回転させるとともに、ワイヤ 7 を回転させながら巻き取り種結晶 5 を引上げることにより、単結晶育成が開始される。以後、引上げ速度と温度を適切に調節することにより略円柱形状の単結晶棒 1 を得ることができる。

10 この略円柱形状の単結晶棒 1 を引上げるに当たり、単結晶成長速度 F [mm/min] と単結晶成長界面近傍での結晶成長軸方向の温度勾配 G [°C/mm] で表わされる F/G [mm²/°C · min] を適切に調整すれば、I 領域を含まない単結晶が得られる。

15 以上のように、上記で説明した製造方法と装置によって製造されたシリコン単結晶において、本発明の H M C Z 法の適切な条件下に成長させれば、高速成長にも拘わらず変形が極めて少なく、ウエーハ状に加工した時に面内全面に I 領域を含まずエピタキシャルウエーハに加工しても大きな突起のない単結晶棒が得られる。

20 本発明のエピタキシャルシリコンウエーハは、例えば上記のような製造方法と装置によって製造された単結晶の径方向の面内全面に I 領域を含まない単結晶棒から切り出されたウエーハから鏡面ウエーハを形成し、これを基板としてエピタキシャル膜を通常の C V D 法で積めば、表面に突起あるいは突起として観察される表面の歪みのないエピタキシャルシリコンウエーハを作ることができる。

25 例えば、C V D 法によるシリコンエピタキシャル成長は、Si を含んだ原料ガスをキャリアガス（通常 H₂）と共に反応炉内に導入し、1 0 0 0 °C 以上の高温に加熱されたシリコン基板上に原料ガスの熱分解または還元によって生成された Si を析出させて行われる。原料ガスは、S

SiCl_4 、 SiHCl_3 、 SiH_2Cl_2 、 SiH_4 の4種が通常使用されている。反応温度は、 SiCl_4 の場合は、主として H_2 による水素還元のため $1150 \sim 1200^\circ\text{C}$ と高く、塩素の割合が少なくなると低温になり、 SiH_4 の場合には熱分解反応によって $1000 \sim 110$ 5 $^\circ\text{C}$ で成長させる。

エピタキシャル成長装置には、横型炉、縦（ディスク）炉、バレル型炉、毎葉式炉等が使用されるが、シリコン基板の大直径化に伴い多数枚同時充填のバッチ式から1枚づつ処理する毎葉式が生産性の向上や膜厚、抵抗率の均一性の向上を図る点からも主流になりつつある。

以下、本発明の具体的な実施の形態を実施例を挙げて説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

始めに、大口径シリコンウェーハにエピタキシャル層を成長させたとき、いかなる条件であれば、突起あるいは突起状パーティクルがウェーハ表面に発生しないかを確認するため、次の試験を行った。

15 (テスト1)

抵抗率 $8 \sim 12 \Omega \cdot \text{cm}$ の範囲で、結晶周辺部 20 mm 位置での成長条件 F/G を $0.155 \text{ mm}^2 / \text{C} \cdot \text{min}$ として引上げた直径8インチの単結晶棒から、ほぼ面内の全面にI領域を含むウェーハ（W-1とする）、および結晶周辺部 20 mm 位置での成長条件 F/G を $0.239 \text{ mm}^2 / \text{C} \cdot \text{min}$ として引上げた単結晶棒から、面内全面にI領域を含まないウェーハ（W-2とする）とを作製した。

なお、このGの計算には、例えば、FEMAGと呼ばれる総合伝熱解析ソフト（F. Dupret, P. Nicodeme, Y. Ryckmans, P. Wouters, and M. J. Crochet, Int. J. Heat Mass Transfer, 33, 1849 (1990)）を使用し、シリコンの融点 1412°C から 1400°C となる位置までの距離を計算し、 12°C ($1412^\circ\text{C} - 1400^\circ\text{C}$) をこの距離で割った数値をG ($^\circ\text{C}/\text{mm}$) とした。

これらのウエーハを高感度のパーティクルカウンターを用いて観察したところ、W-1のI領域に当たる外周部に非常に小さいパーティクル状の散乱が検出された [図4 (a) 参照]。これをAFMにより観察したところ、突起であることが判った [図5 参照]。これに厚さ $2 \mu\text{m}$ のエピタキシャル層を積んだところ、非常に小さなパーティクル状散乱が観察された位置と同じ位置に、パーティクルが観察された [図4 (b) 参照]。このパーティクルもAFMにより突起であることが判った (図6 参照)。その大きさは $100\text{nm} \sim 1000\text{nm}$ もあり、高さは $5\text{nm} \sim 20\text{nm}$ もあった。

一方、W-2では、ウエーハ全面に高密度のパーティクルが確認されたものの、突起状のものは見つからなかった [図7 (a) 参照]。これにエピタキシャル層を積んだところ、パーティクルは殆ど確認されなかつた [図7 (b) 参照]。AFMで観察しても突起は確認されなかつた。

これらのテストから、全面にI領域を含まないシリコンウエーハをエピタキシャルウエーハ用の基板として用いれば、エピタキシャル層をウエーハ表面に成長させた後でもウエーハ表面に突起または突起状パーティクルが発生しないことがわかつた。この結果を踏まえて、さらに口径の大きなウエーハを用いて適切な品質を得るための製造条件を確立した。

20 (実施例1)

中心磁場強度 4000Gauss の水平磁場を印加したHMCZ法において、抵抗率約 $10\Omega \cdot \text{cm}$ の直径12インチ単結晶を28インチのルツボから結晶回転 7.0rpm で育成した。ここで使用したホットゾーンによれば、結晶の周辺 20mm でのGは 3.55^\circ C/mm であった。

この時、成長速度 0.99mm/min で育成することができた。周辺 20mm でのF/Gは $0.279\text{mm}^2/\text{^\circ C} \cdot \text{min}$ である。

この単結晶棒からウエーハ状のサンプルを切り出し、中心部と周辺部 (エッジから内周方向に 10mm 部分) とで酸素濃度を測定し、(| 中心

濃度 - 周辺濃度 | / 中心濃度) × 100 (%) として酸素濃度面内分布を測定した。その結果、酸素濃度面内分布は 5 % 以下であった。この結晶から切り出されたウェーハ状サンプルには、OSF リングが観察されず、I 領域を含まない結晶を得ることができた。

5 こうして得られたシリコンウェーハ上に、SiHCl₃ + H₂ ガス雰囲気、1200°Cで厚さ 2 μm のエピタキシャル層を成長させた。その表面をパーティクルカウンターで測定したところ、エピウェーハのエピ層上には突起あるいは突起状パーティクルは検出されなかった。

10 (比較例 1)

磁場を用いない通常の CZ 法で育成した以外は、実施例 1 と同様の条件下に、抵抗率約 10 Ω · cm の直径 12 インチ単結晶を 28 インチのルツボから育成した。

この時成長速度は、0.61 mm / min 程度が上限であり、周辺 20 mm での F / G は 0.172 mm² / °C · min であった。

この結晶から切り出したウェーハ状サンプルで I 領域の内側に存在する OSF (酸化誘起積層欠陥) リングの位置を調査したところ、周辺から約 30 mm の位置に観察された。従って、ウェーハの周辺部が I 領域となっていることが確認された。また、酸素濃度面内分布を測定したところ、その値は 12 % 程度であった。このウェーハに前記条件でエピ層を積んだところ、周辺部に大きな突起が観察された。

尚、OSF リングが出現するか、しないかは、結晶中の酸素濃度にも依存するため、上記のような評価をする際に、誤った判断をする可能性がある。そこで今回評価に用いた結晶の酸素濃度は 13 ppm (J E I D A) 以上とし、熱処理は 1000°C、3 時間および 1150°C、100 分間とした。さらに一度の熱処理で OSF リングが検出されない場合は、1150°C、100 分間の熱処理を追加して評価した。このように、二度の熱処理を通して OSF リングが出ないものを OSF リングが

検出されないものと判断した。

(実施例 2)

直径 8 インチで $0.03 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下の P 型低抵抗率結晶を抵抗率を
5 変えて二種類製造した。これらの結晶に比較例 1 と同じ OSF リング評
価を行い、OSF リングの位置と成長条件 F/G との関係を求めた。そ
の結果、OSF リングの外側に存在する I 領域が結晶に入り込まないた
めの成長条件 F/G は、抵抗率 ρ ($\Omega \cdot \text{cm}$) の関数として、次式、

$$F/G > 720 \cdot \rho^2 - 37 \cdot \rho + 0.65$$

10 (ここに、 ρ : 単結晶の抵抗率 [$\Omega \cdot \text{cm}$]、 F : 単結晶成長速度 [mm/min]、 G : 単結晶成長界面近傍での結晶成長軸方向の温度勾配 [$^{\circ}\text{C}/\text{mm}$] とする)

で表わされるものであることが判った (図 2 参照)。これを基に、以下のように I 領域を含まない結晶を試作した。

15 抵抗率 $0.015 \Omega \cdot \text{cm}$ の 8 インチ結晶を周辺 20 mm での G が、
3.74 $^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ であるホットゾーンを用いて成長速度 $1.4 \text{ mm}/\text{min}$
で育成した。この時、ガスフュージョン法により得られた酸素濃度
面内分布は、10% 以下であった。抵抗率 $0.015 \Omega \cdot \text{cm}$ で必要な
20 F/G は上式より、 $0.257 \text{ mm}^2/\text{C} \cdot \text{min}$ であり、今回育成さ
れた結晶の周辺 20 mm での F/G は $0.374 \text{ mm}^2/\text{C} \cdot \text{min}$ で
ある。この結晶から切り出したウェーハ状サンプルには OSF リングが
検出されなかった。従って、ウェーハ全面が V 領域となっていることが
確認された。

25 (実施例 3)

次に、 $0.008 \Omega \cdot \text{cm}$ の 8 インチ結晶を周辺 20 mm での G が、
4.33 $^{\circ}\text{C}/\text{mm}$ であるホットゾーンを用いて成長速度 $1.78 \text{ mm}/\text{min}$
で育成した。この時、ガスフュージョン法により得られた酸素濃

度面内分布は、10%以下であった。抵抗率 $0.008 \Omega \cdot \text{cm}$ で必要な F/G は上式より、 $0.40 \text{ mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$ であり、今回育成された結晶の周辺 20 mm での F/G は $0.41 \text{ mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$ である。この結晶から切り出したウエーハ状サンプルには OSF リングが検出されなかった。従って、ウエーハ全面が V 領域となっていることが確認された。

以上のように上記の式より計算された値以上の F/G では I 領域を含まない結晶が得られることが確認された。

これら二種類のウエーハに前記同様に厚さ $2 \mu\text{m}$ のエピタキシャル層を成長させたところ、エピウエーハのエピ層上には、突起あるいは突起状パーティクルは検出されなかった。

(比較例 2)

抵抗率 $0.014 \Omega \cdot \text{cm}$ の 8 インチ結晶を周辺 20 mm での G が、 $3.74 \text{ °C}/\text{mm}$ である実施例 2 と同様のホットゾーンを用いて成長速度 $1.0 \text{ mm}/\text{min}$ で育成した。抵抗率 $0.014 \Omega \cdot \text{cm}$ で必要な F/G は上式より、 $0.273 \text{ mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$ であり、今回育成された結晶の周辺 20 mm での F/G は $0.267 \text{ mm}^2/\text{°C} \cdot \text{min}$ で、計算値を下回る結果となった。この結晶から切り出したウエーハ状サンプルには OSF リングが周辺から 25 mm の位置に検出され、周辺部に I 領域が含まれていることが確認された。

上記比較例 2 は、 $F/G \sim \rho$ 関係式を求めるために行った一連の実験結果の一つであり、このような実験を条件を変えて繰り返し行って関係式の精度を高め、実施例 2 および実施例 3 によって実証することができた。

なお、本発明は、上記実施形態に限定されるものではない。上記実施形態は、例示であり、本発明の特許請求の範囲に記載された技術的思想と実質的に同一な構成を有し、同様な作用効果を奏するものは、いかなるものであっても本発明の技術的範囲に包含される。

例えば、上記実施形態においては、直径 8 インチ、12 インチのシリコン単結

晶を育成する場合につき例を挙げて説明したが、本発明はこれには限定されず、直径にかかわりなく、例えば直径 16 インチあるいはそれ以上のシリコン単結晶にも適用できる。

請 求 の 範 囲

1. エピタキシャル層上に、大きさ 100 nm 以上、高さ 5 nm 以上の突起が存在しないことを特徴とするエピタキシャルシリコンウエーハ。
5
2. エピタキシャル基板用シリコンウエーハとして、大きさ 100 nm 以上、高さ 5 nm 以上の突起が存在しないシリコンウエーハを使用することを特徴とするエピタキシャルシリコンウエーハの製造方法。
- 10 3. エピタキシャル基板用シリコンウエーハとして、I 領域（ここに I 領域とは、自己格子間原子が空孔に比べ優勢な領域をいう）を含まない単結晶を用いることを特徴とするエピタキシャルシリコンウエーハの製造方法。
- 15 4. チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、I 領域を含まない単結晶棒を育成し、該単結晶棒から切り出した面内全面に I 領域を含まないシリコンウエーハにエピタキシャル層を積むことを特徴とするエピタキシャルシリコンウエーハの製造方法。
- 20 5. 前記チョクラルスキー法によってシリコン単結晶を育成する際に、磁場を印加することを特徴とする請求項 4 に記載したエピタキシャルシリコンウエーハの製造方法。
6. 前記シリコン単結晶の成長条件 F / G [$\text{mm}^2 / \text{°C} \cdot \text{min}$] (ここに F : 単結晶成長速度 [mm / min]、G : 単結晶成長界面近傍での結晶成長軸方向の温度勾配 [$^{\circ}\text{C} / \text{mm}$] とする) を、 $0.18 \text{ mm}^2 / \text{°C} \cdot \text{min}$ 以上として、抵抗率 $0.03 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上でかつ単結晶の径方向の
25

面内全面がV領域（ここにV領域とは、空孔が自己格子間原子に比べ優勢な領域をいう）である単結晶棒を育成することを特徴とする請求項4または請求項5に記載したエピタキシャルシリコンウエーハの製造方法。

5 7. 前記シリコン単結晶の成長条件 F/G を、次式、

$$F/G > 720 \cdot \rho^2 - 37 \cdot \rho + 0.65$$

（ここに ρ : 単結晶の抵抗率 [$\Omega \cdot \text{cm}$] とする）

に従うものとして、P型で $0.03 \Omega \cdot \text{cm}$ 以下の低抵抗率であり、かつ単結晶の径方向の面内全面がV領域である単結晶棒を育成することを特徴とする請求項4または請求項5に記載したエピタキシャルシリコンウエーハの製造方法。

8. 前記印加する磁場を水平磁場とし、その中心磁場強度を $500 \sim 60000 \text{ Gau ss}$ とすることを特徴とする請求項5ないし請求項7のいずれか1項に記載したエピタキシャルシリコンウエーハの製造方法。

9. 前記温度勾配 G の径方向分布において、少なくとも一部に $3.0^\circ\text{C}/\text{mm}$ 以上となる部分を作ることができる炉内構造を使用することを特徴とする請求項6ないし請求項8のいずれか1項に記載したエピタキシャルシリコンウエーハの製造方法。

10. 前記単結晶成長中の結晶回転を 10 rpm 以下とすることを特徴とする請求項4ないし請求項9のいずれか1項に記載したエピタキシャルシリコンウエーハの製造方法。

25

11. 前記単結晶の育成において、直徑 250 mm (10インチ) 以上の大直徑単結晶棒を製造することを特徴とする請求項4ないし請求項10

のいずれか 1 項に記載したエピタキシャルシリコンウエーハの製造方法。

1 2 . 前記請求項 2 ないし請求項 1 1 に記載した製造方法により製造されたことを特徴とするエピタキシャルシリコンウエーハ。

5

1 3 . 前記請求項 2 ないし請求項 1 1 に記載した製造方法により製造された酸素濃度面内分布が 10 % 以下であることを特徴とするエピタキシャルシリコンウエーハ用基板。

1 / 5

図 1

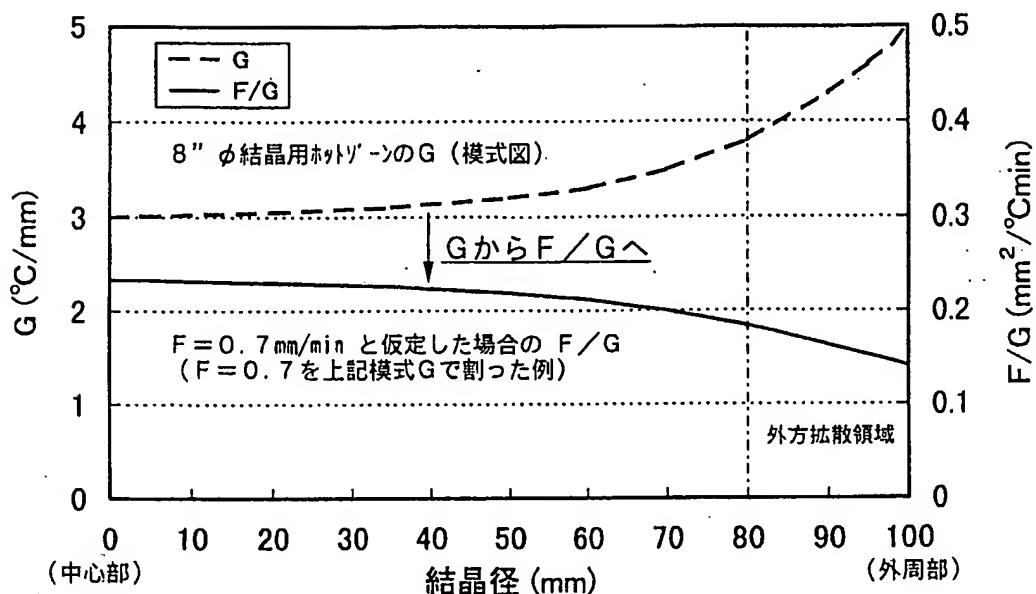
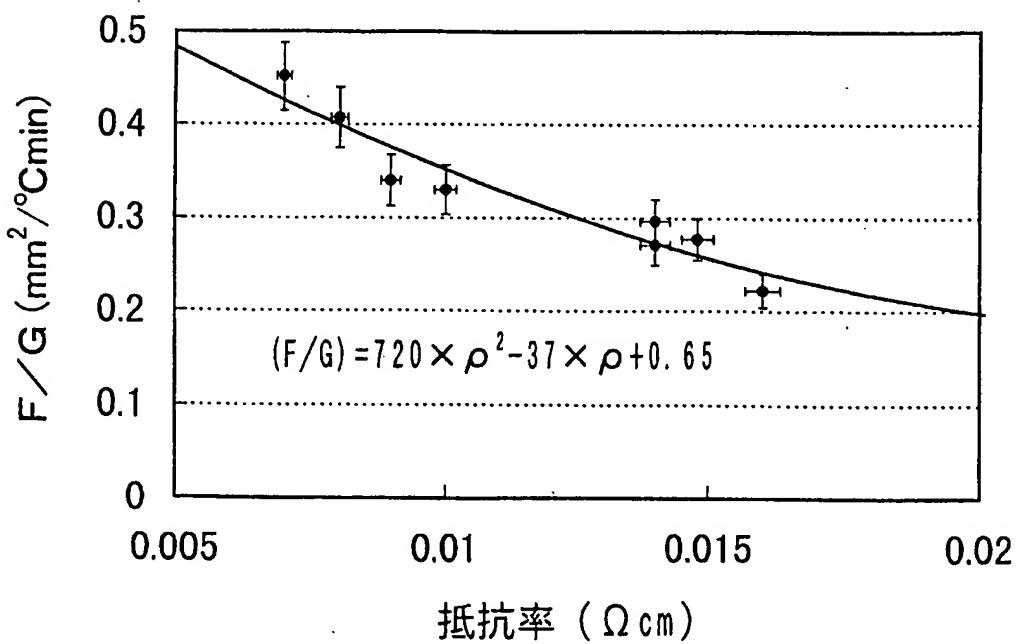
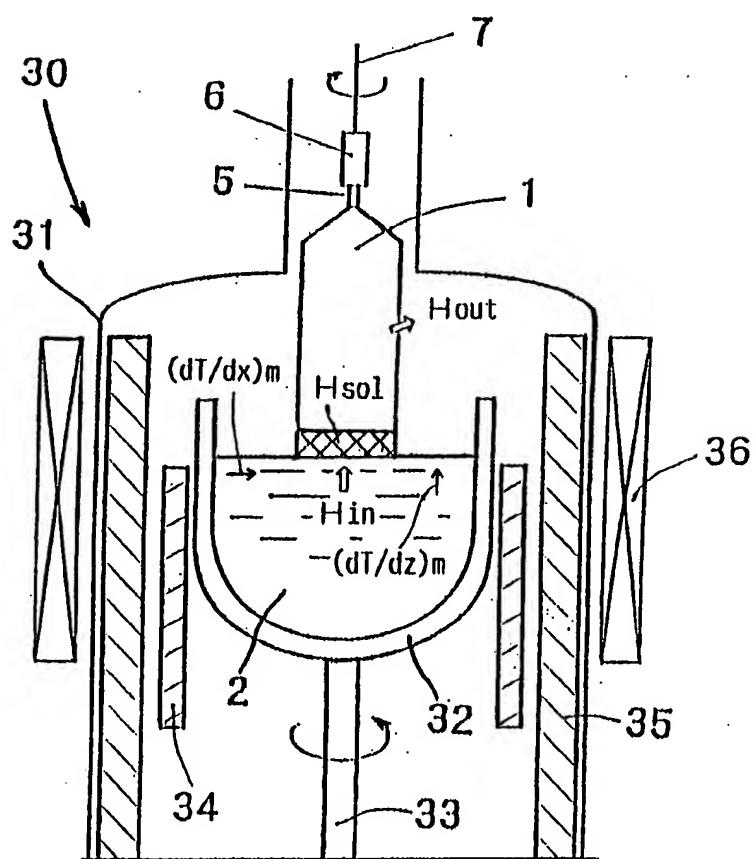


図 2



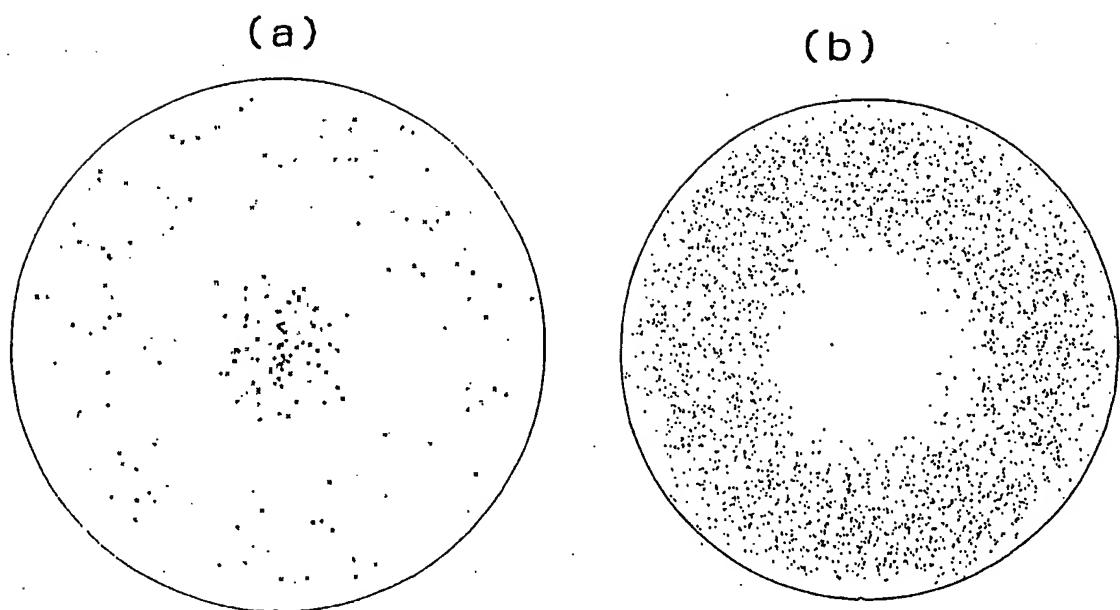
2 / 5

図 3



3 / 5

図 4



4 / 5

図 5

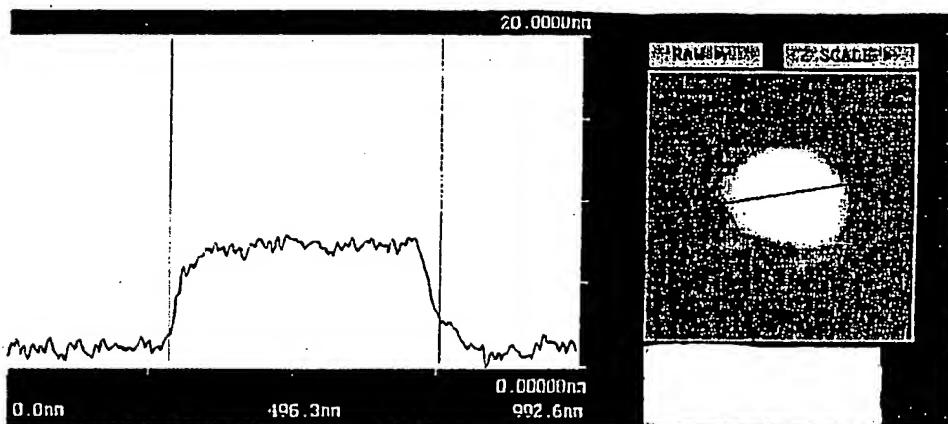
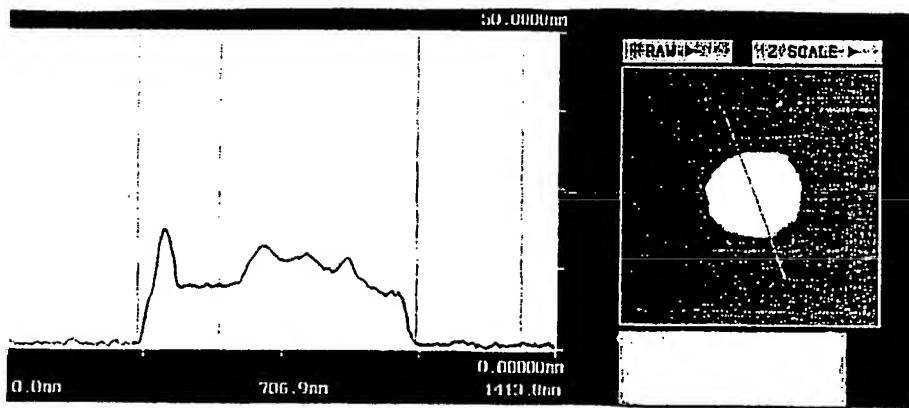


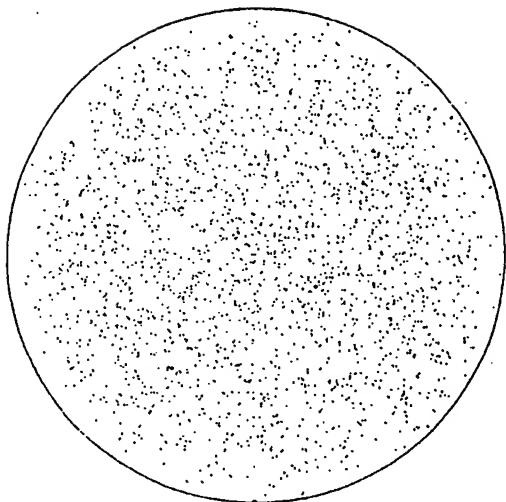
図 6



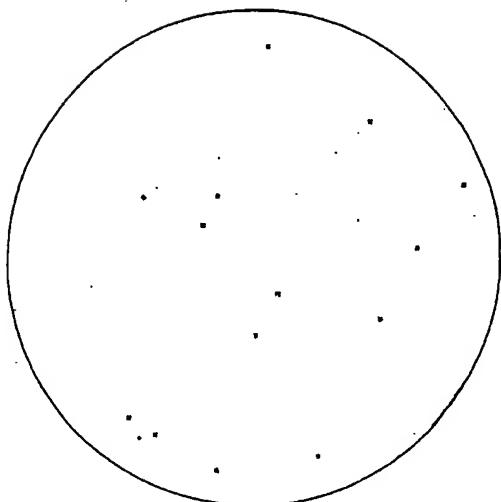
5 / 5

図 7

(a)



(b)



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP00/00379

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl⁷ C30B29/06

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl⁷ C30B1/00-35/00Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2000
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2000 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2000Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
CAS ONLINE

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX PA	JP, 11-130592, A (Komatsu Electronic Metals Co., LTD.), 18 May, 1999 (18.05.99), Claims 1, 3; column 4, lines 10 to 18; column 5, lines 3 to 5 (Family: none)	1-4, 6, 7, 12, 13 5, 8-11
X A	JP, 08-330316, A (Sumitomo Sitix Corporation), 13 December, 1996 (13.12.96), Fig. 3 & US, 5954873, A	13 1-12

 Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family
---	--

Date of the actual completion of the international search 25 April, 2000 (25.04.00)	Date of mailing of the international search report 02 May, 2000 (02.05.00)
--	---

Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号 PCT/JP00/00379

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
Int. Cl. 1 C30B 29/06

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))
Int. Cl. 1 C30B 1/00-35/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1926-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2000年
日本国登録実用新案公報	1994-2000年
日本国実用新案登録公報	1996-2000年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)
CAS ONLINE

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
PX	JP, 11-130592, A(コマツ電子金属株式会社), 18.5月.1999(18.05.99), 請求項1, 請求項3, 第4欄第10-18行, 第5欄第3-5行(ファミリーなし)	1-4, 6, 7, 12, 13
PA		5, 8-11
X	JP, 08-330316, A(住友チックス株式会社), 13.12月.1996(13.12.96), 図3	13
A	& US, 5954873, A	1-12

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す
もの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日
以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行
日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する
文献(理由を付す)
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献
「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって
て出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理
論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明
の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以
上の文献との、当業者にとって自明である組合せに
よって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

25. 04. 00

国際調査報告の発送日

02.05.00

国際調査機関の名称及び先
日本国特許庁 (ISA/JP)
郵便番号 100-8915
東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)
五十 森 毅

4G 9440



電話番号 03-3581-1101 内線 3416

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.